

PCT/JP2004/013506

17. 9. 2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

REC'D 11 NOV 2004

WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年 9月29日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-338505
[ST. 10/C]: [JP2003-338505]

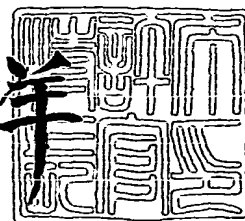
出 願 人
Applicant(s): オルガノ株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年10月29日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川 洋



【書類名】 特許願
【整理番号】 J-5629
【提出日】 平成15年 9月29日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C12H 1/04
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号 オルガノ株式会社内
 【氏名】 浅川 友二
【特許出願人】
 【識別番号】 000004400
 【氏名又は名称】 オルガノ株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100081282
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 中尾 俊輔
【選任した代理人】
 【識別番号】 100085084
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 伊藤 高英
【選任した代理人】
 【識別番号】 100095326
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 畑中 芳実
【選任した代理人】
 【識別番号】 100115314
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 大倉 奈緒子
【選任した代理人】
 【識別番号】 100117190
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 玉利 房枝
【選任した代理人】
 【識別番号】 100120385
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 鈴木 健之
【選任した代理人】
 【識別番号】 100123858
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 磯田 志郎
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 015967
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液するか、酒類に HSO_3 塩を添加した後、前記酒類を H 形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液するか、前記酒類を H 形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液することを特徴とする酒類の精製方法。

【請求項 2】

酒類が蒸留酒類であることを特徴とする請求項 1 に記載の酒類の精製方法。

【請求項 3】

酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液するイオン交換装置、または酒類に HSO_3 塩を添加する HSO_3 塩添加装置と、前記酒類を H 形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液するイオン交換装置、または前記酒類を H 形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液するイオン交換装置とをこの順に具備することを特徴とする酒類の精製装置。

【請求項 4】

酒類が蒸留酒類であることを特徴とする請求項 3 に記載の酒類の精製装置。

【書類名】明細書

【発明の名称】酒類の精製方法および精製装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、酒類、例えば穀物類などを原料として作られる醸造酒、蒸留酒等の精製方法および装置に関し、特に穀物類を原料とした蒸留酒の精製方法および装置に関する。

【背景技術】

【0002】

酒類には、主成分であるアルコールのほかに、香り成分、味成分、色素成分、ミネラル成分、アルデヒド類、無機塩類等が含まれている。これらの内のアルデヒド類、無機塩類は、精製によって除去することが好ましい。従来、酒類からアルデヒド類、無機塩類を除去するための精製装置として、イオン交換樹脂を用いた焼酎精製装置が知られている。特に、 HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂を用いたアルデヒド除去装置と、該アルデヒド除去装置の後段に設けられたH形強酸性カチオン交換樹脂およびOH形強塩基性アニオン交換樹脂の混床を用いた脱塩装置とからなる焼酎精製装置は広く用いられている（例えば、特許文献1参照）。この焼酎精製装置によれば、香りを若干は残しつつ、辛味、渋味、苦味を除去して軽快な飲み口の焼酎を得ることができる。

【0003】

【特許文献1】特公昭36-12194号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

最近では、いろいろな種類の本格焼酎が市場に出まわるにつれて、特徴的な香りや味を有する本格焼酎を好む人が増えてきた。しかし、前述した特許文献1記載の焼酎精製装置は、香り成分や味成分の除去性能が高いため、香りを強く残したり、癖のある味を残したりした焼酎の精製にはほとんど用いられていなかった。その理由は、H形強酸性カチオン交換樹脂とOH形強塩基性アニオン交換樹脂との混床を用いた脱塩装置を使用した場合、無機塩類の除去時に、香り成分である酢酸エチル等のエステル類や味を決める成分の一種である有機酸類も多く除去されてしまうからである。

【0005】

そのため、香りを強く残したり、癖のある味を残したりした焼酎を特許文献1記載の従来装置を用いて得ようとする場合は、エステル類や有機酸類の除去性能を下げるために、酒類とアルデヒド除去装置および脱塩装置のイオン交換樹脂層との接触時間を短くしたり、アルデヒド除去処理および脱塩処理を行った酒類と、これらの処理を行わない原液とを混合したりしていた。しかし、これらの方法では、アルデヒド類や無機塩類の除去が不十分になることがあった。

【0006】

本発明は、前述した事情に鑑みてなされたもので、醸造酒、蒸留酒等の酒類から、独特の香りを強く残したり癖のある味を残したりしつつ、アルデヒド類と無機塩類を効果的に除去することができる酒類の精製方法および精製装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、前記目的を達成するため、下記(1)～(4)に示す酒類の精製方法、および(5)～(8)に示す酒類の精製装置を提供する。

【0008】

(1) 酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液した後、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液することを特徴とする酒類の精製方法。

【0009】

(2) 酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液した後、前記酒類をH形強酸

性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液することを特徴とする酒類の精製方法。

【0010】

(3) 酒類に HSO_3 塩を添加した後、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液することを特徴とする酒類の精製方法。

【0011】

(4) 酒類に HSO_3 塩を添加した後、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液することを特徴とする酒類の精製方法。

【0012】

(5) 酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液するイオン交換装置と、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液するイオン交換装置とをこの順に具備することを特徴とする酒類の精製装置。

【0013】

(6) 酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液するイオン交換装置と、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液するイオン交換装置とをこの順に具備することを特徴とする酒類の精製装置。

【0014】

(7) 酒類に HSO_3 塩を添加する HSO_3 塩添加装置と、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液するイオン交換装置とをこの順に具備することを特徴とする酒類の精製装置。

【0015】

(8) 酒類に HSO_3 塩を添加する HSO_3 塩添加装置と、前記酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液するイオン交換装置とをこの順に具備することを特徴とする酒類の精製装置。

【0016】

本発明の特徴は、後段の脱塩用のアニオン交換樹脂として、従来のOH形強塩基性アニオン交換樹脂に代えて、遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂を用いた点にある。これにより、本発明では、精製後の酒類における香り成分や味成分の残存量を従来に比べて多くすることができ、酒類の個性をより多く残しつつ、アルデヒド類と無機塩類を効果的に除去することが可能となる。

【0017】

すなわち、本発明では、脱塩用アニオン交換樹脂を強塩基性アニオン交換樹脂から弱塩基性アニオン交換樹脂に変更することで、香り成分であるエステル類の分解や除去率が低下するために、処理液に香りが強く残るものと考えられる。同様に、アニオン交換樹脂の塩基度を下げることで、有機酸などの味成分の除去率が抑えられるために、癖のある味が残るものと考えられる。しかしながら、香りや味は微量成分の含有やマスキング成分の有無による影響もあるために、この考えは推測の範囲を超えていない。

【0018】

以下、本発明につきさらに詳しく説明する。本発明では、前段のアルデヒド除去工程において、酒類を HSO_3 形（亜硫酸形）強塩基性アニオン交換樹脂層に通液するか、酒類に例えば NaHSO_3 等の HSO_3 塩を添加する。この場合、酒類に HSO_3 塩を添加するの比べ、酒類を HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層に通液する方が、後段の脱塩工程におけるイオン負荷が少なくなる点でより好ましい。上記 HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂の種類に特に限定はなく、例えばアンバーライト（登録商標、以下同じ）IRA400、IRA402、IRA404、IRA900、IRA904、ダイヤイオン（登録商標、以下同じ）SA10A、SA20A、PA308、PA408等を HSO_3 形にしたものを用いることができる。

【0019】

本発明では、後段の脱塩工程において、酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層に通液するか、酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液する。この場合、酒類を両樹脂層に順次通液するのに比べ、両樹脂の混床層に通液する方が、塩の除去率が安定する点でより好ましい。上記H形強酸性カチオン交換樹脂の種類に特に限定はなく、例えばアンバーライトIRA120B、IRA124、200CT、252、ダイヤイオンSK1B、SK112、PK212、PK216等を用いることができる。

【0020】

また、上記遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂としては、スチレン系またはアクリル系の遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂を好適に用いることができる。この場合、スチレン系樹脂を用いると、香りが薄く、口当たりが原液に近い処理液が得られ、アクリル系樹脂を用いると、香りが原液に近く、口当たりの点で刺激のない処理液が得られるので、精製の目的に応じて選択すればよい。遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の種類に特に限定はなく、例えばアンバーライトIRA96SB（スチレン系）、IRA67（アクリル系）、ダイヤイオンWA10（アクリル系）、WA20A（スチレン系）等を用いることができる。

【0021】

後段の脱塩工程におけるH形強酸性カチオン交換樹脂：遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の容量比は、1：1～1：4程度（ただし、容量比は強酸性カチオン交換樹脂はNa形基準、弱塩基性アニオン交換樹脂は遊離塩基形基準での比率。）とすることが適当である。また、酒類をH形強酸性カチオン交換樹脂層および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層に順次通液する場合、各樹脂を有する2つのイオン交換装置に順次通液してもよく、分離した両樹脂層を内部に有する1つのイオン交換装置に通液してもよい。

【0022】

本発明において、各イオン交換樹脂層（H₂SO₃形強塩基性アニオン交換樹脂層、H形強酸性カチオン交換樹脂と遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層、H形強酸性カチオン交換樹脂層、遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂層、以下同じ）への酒類の通液温度は、-10～40℃の範囲とすることが望ましい。アルコール濃度にもよるが、通液温度が-10℃未満になると、液が凍ったり、液の粘性が増したりするため、酒類と樹脂との効率的な接触が行えなくなって、アルデヒド類や無機塩類の除去性能が低下する。通液温度が40℃を超えると、香り成分の蒸発や変性が起こるため望ましくない。

【0023】

また、本発明において、酒類の各イオン交換樹脂層への通液速度は、全樹脂量に対してSV0.1～50の範囲とすることが好ましい。通液速度がSV0.1未満であると、単位時間あたりの処理量が少なくなってしまう。通液速度がSV50を超えると、酒類と樹脂との効率的な接触が行えなくなって、アルデヒド類や無機塩類の除去性能が低下する。

【0024】

本発明によれば、原液から主にアルデヒド類と無機塩類が除去されるが、そのほかにアミノ酸類も除去されるため、本発明はアミノ酸類が多く含まれる醸造酒の精製よりも蒸留酒の精製に適している。しかし、近年では窒素成分をほとんど含まないほど精製した穀物原料を醸造した酒類、例えば吟醸酒などもあり、これらの場合には本発明による精製を行っても求める味によっては問題がないと考えられる。なお、上記酒類の穀物原料としては、麦、芋、米、酒粕、そば、黒糖、ごま、栗、こうりゃん等を挙げることができる。

【発明の効果】

【0025】

以上のように、本発明によれば、酒類の原液の香りを強く残したり、独特の癖のある味を残したりしつつ、酒類の原液からアルデヒド類および無機塩類を除去することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

図1は本発明に係る酒類の精製装置の一例を示すフロー図である。図1において、10は濾過器、12は HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂の単床層14を備えたイオン交換装置（アルデヒド除去装置）、16はH形強酸性カチオン交換樹脂と遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂との混床層18を備えたイオン交換装置（脱塩装置）を示す。本例の精製装置は、酒類の原液20を濾過器10、アルデヒド除去装置12、脱塩装置16に順次通液することにより、アルデヒド類および無機塩類が除去された処理液22を得るものである。

【実施例】

【0027】

以下に、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。ただし、本発明はこれら実施例によって何ら限定されない。

【0028】

(実施例1)

沖縄産米焼酎である泡盛の原液を、 HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層（アンバーライトIRA404に NaHSO_3 溶液を通液して HSO_3 形にしたもの）60mlに通液した後に、H形強酸性カチオン交換樹脂（アンバーライトIR120B）20mlと遊離塩基形スチレン系弱塩基性アニオン交換樹脂（アンバーライトIRA96SB）40mlとの混床層に通液温度20℃、通液速度300ml/hrで1500ml通液した。原液と処理液の分析結果および官能評価を表1に示す。なお、官能評価では、6名のパネルによる官能試験によって香りおよび口当たりを評価した。

【0029】

(実施例2)

遊離塩基形スチレン系弱塩基性アニオン交換樹脂（アンバーライトIRA96SB）40mlに代えて、遊離塩基形アクリル系弱塩基性アニオン交換樹脂（アンバーライトIRA67）40mlを用いたこと以外は、実施例1と同様の条件で泡盛の原液の処理を行った。処理液の分析結果および官能評価を表1に示す。

【0030】

(比較例1)

遊離塩基形スチレン系弱塩基性アニオン交換樹脂（アンバーライトIRA96SB）40mlに代えて、OH形スチレン系強塩基性アニオン交換樹脂（アンバーライトIRA402BL）40mlを用いたこと以外は、実施例1と同様の条件で泡盛の原液の処理を行った。処理液の分析結果および官能評価を表1に示す。

【0031】

【表1】

	泡盛原液	実施例 1	実施例 2	比較例 1
アルコール濃度 (%)	30	30	30	30
pH	7.3	6.15	6.20	6.34
電気伝導率 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	71.3	0.4	0.4	0.4
アルデヒド濃度 (mg/L)	22	<1	<1	<1
酢酸エチル濃度 (mg/L)	110	80	110	<30
香り	フルーツの ような香り	香りが薄い	フルーツの ような香り	無臭
口当たり	刺激がある	刺激がある	刺激なし	刺激なし

注) 香りと口当たりに関しては6名のパネルによる官能評価を行った。

【0032】

(実施例3)

沖縄産米焼酎である泡盛の原液に代えて、鹿児島産芋焼酎の原液を用いたこと以外は、実施例1と同様の条件で鹿児島産芋焼酎の原液の処理を行った。原液と処理液の分析結果および官能評価を表2に示す。

【0033】

(実施例4)

遊離塩基形スチレン系弱塩基性アニオン交換樹脂(アンバーライトIRA96SB) 40mlに代えて、遊離塩基形アクリル系弱塩基性アニオン交換樹脂(アンバーライトIRA67) 40mlを用いたこと以外は、実施例3と同様の条件で鹿児島産芋焼酎の原液の処理を行った。処理液の分析結果および官能評価を表1に示す。

【0034】

(比較例2)

遊離塩基形スチレン系弱塩基性アニオン交換樹脂(アンバーライトIRA96SB) 40mlに代えて、OH形スチレン系強塩基性アニオン交換樹脂(アンバーライトIRA402BL) 40mlを用いたこと以外は、実施例3と同様の条件で鹿児島産芋焼酎の原液の処理を行った。処理液の分析結果および官能評価を表1に示す。

【0035】

【表2】

	芋焼酎原液	実施例3	実施例4	比較例2
アルコール濃度 (%)	25	25	25	25
pH	4.79	6.15	6.20	6.34
電気伝導率 ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	20.7	0.5	0.5	0.5
アルデヒド濃度 (mg/L)	17	<1	<1	<1
酢酸エチル濃度 (mg/L)	100	60	100	<30
香り	芋を蒸した 香り	香りが薄い	芋を蒸した 香り	無臭
口当たり	刺激がある	刺激がある	刺激なし	刺激なし

注) 香りと口当たりに関しては6名のパネルによる官能評価を行った。

【0036】

本実験結果より、脱塩用アニオン交換樹脂として遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂を用いた本発明によれば、脱塩用アニオン交換樹脂としてOH形強塩基性アニオン交換樹脂を用いた従来技術（比較例）と同様にアルデヒド類や導電性の塩類を除去できること、また従来技術（比較例）に比べて香りや口当たりなどの原液の特性を残した処理を行えることがわかる。さらに、本実験結果より、脱塩用アニオン交換樹脂として遊離塩基形スチレン系弱塩基性アニオン交換樹脂を用いた場合は、香りが薄く、口当たりが原液に近い処理液が得られること、また脱塩用アニオン交換樹脂として遊離塩基形アクリル系弱塩基性アニオン交換樹脂を用いた場合は、香りが原液に近く、口当たりの点で刺激のない処理液が得られることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【0037】

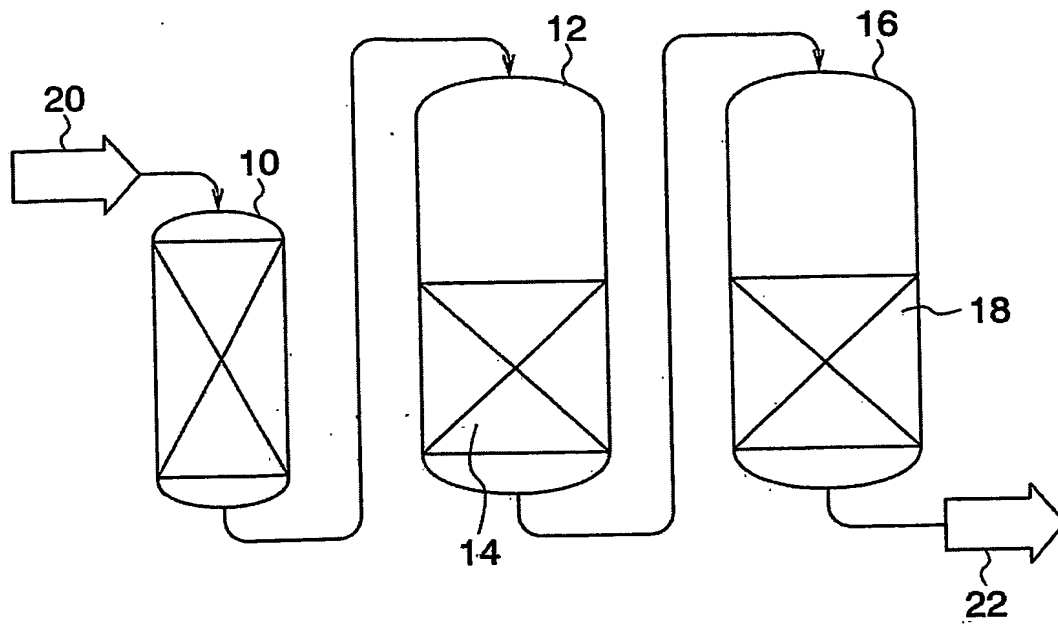
【図1】本発明に係る酒類の精製装置の一例を示すフロー図である。

【符号の説明】

【0038】

- 10 濾過器
- 12 アルデヒド除去装置
- 14 強塩基性アニオン交換樹脂の単床層
- 16 脱塩装置
- 18 強酸性カチオン交換樹脂と弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層
- 20 原液
- 22 処理液

【書類名】 図面
【図 1】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 醸造酒、蒸留酒等の酒類から、独特の香りを強く残したり癖のある味を残したりしつつ、アルデヒド類と無機塩類を除去する。

【解決手段】 酒類 20 を、 HSO_3 形強塩基性アニオン交換樹脂層 14 に通液した後、 H 形強酸性カチオン交換樹脂および遊離塩基形弱塩基性アニオン交換樹脂の混床層 18 に通液する。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 3 3 8 5 0 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 4 4 0 0]

1. 変更年月日

1 9 9 7 年 1 0 月 2 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号

氏 名

オルガノ株式会社